

Asam alkil benzene sulfonat

ASAM ALKIL BENZENA SULFONAT

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan asam alkil benzena sulfonat.

2. DEFINISI

Asam alkil benzena sulfonat adalah cairan kental berwarna kuning kecoklatan hasil proses sulfonasi alkil benzena yang mempunyai gugus alkil C_7 sampai C_{16} , dipergunakan untuk deterjen/surfaktan.

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu asam alkil benzena sulfonat seperti terlihat pada Tabel di bawah ini.

Tabel
Syarat Mutu Asam Alkil Benzene Sulfonat

No.	Uraian	Persyaratan
1.	Bahan aktif (dihitung sebagai asam dodecil benzena sulfonat), %	min. 95,0
2.	Asam bebas (dihitung sebagai asam sulfat), %	maks. 2,0
3.	Bahan organik bukan asam alkil benzena sulfonat, %	maks. 2,0

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-1981, *Petunjuk Pengambilan Contoh Cairan dan Semi Padat*. Perlu dilakukan penanganan khusus karena asam alkil benzena sulfonat merupakan cairan yang kental sekali, agak sukar di tuangkan, sangat higroskopik dan berbahaya, dapat menyebabkan luka pada kulit dan mengganggu pernapasan.

5. CARA UJI

5.1 Bahan Aktif dan Asam Bebas

5.1.1 Prinsip

Contoh yang telah direaksikan dengan para toluidine dititrasi dengan larutan 0,1 N NaOH dipergunakan untuk penentuan bahan aktifnya. Asam bebas dihitung dari selisih titrasi dengan 0,1 N NaOH yang pertama dengan titrasi yang kedua setelah direaksikan dengan para toluidine.

5.1.2 Pereaksi

— Larutan baku 0,1 N NaOH

Larutan 500 g NaOH dalam 400 ml air (larutan a), biarkan beberapa hari dalam botol, kemudian ambil larutan jernih bagian atas untuk membuat 0,1 N larutan baku.

— Penunjuk phenolphthalein

Timbang dengan teliti sekitar 1,0 g phenolphthalein, larutkan dalam alkohol 95% dan jadikan volumenya 100 ml.

- Penunjuk merah metil untuk pereaksi 0,1 N NaOH.
Timbang dengan teliti sekitar 0,1 g O-merah uresol, lalu tambahkan 20 ml alkohol 55% dan air hingga volumenya 100 ml.
- Penunjuk kalium kromat untuk menetapkan normalitas 0,1 AgNO₃. Timbang dengan teliti sekitar 10 g K₂CrO₄, tambah air hingga volumenya 100 ml.
- Larutan p-toluidine
Timbang dengan teliti sekitar 1,0 g p-toluidine, tambah air hingga volumenya 100 ml, lalu tambahkan 180 ml HCl (1 : 1). Panaskan di atas penangas air, kemudian tambah air hingga volumenya 1000 ml.
- Asam sulfamat pro analisa (untuk menetapkan normalitas NaOH)
Ambil 5 ml larutan pekat NaOH (larutan a) tambah air hingga volumenya menjadi 1 liter dan tetapkan normalitasnya sebagai berikut :
Timbang teliti sekitar 0,3 g asam sulfamat masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 100 ml, tambah 30 ml air dan 2 — 3 tetes petunjuk merah metil kemudian dititrasi dengan larutan 0,1 N NaOH hingga warna berubah menjadi kuning.

$$\text{Normalitas} = \frac{\text{Berat asam sulfamat}}{\text{ml titar} \times \text{berat setara asam sulfamat}}$$

- Larutan baku 0,1 N AgNO₃
Timbang teliti 16,99 g AgNO₃, tambah air hingga volumenya 1000 ml dan simpan dalam botol berwarna coklat, untuk menghindari langsung sinar/cahaya. Tetapkan normalitasnya.
- Natrium klorida pro analisa (untuk menetapkan normalitas AgNO₃).
Timbang teliti 0,15 g NaCl masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 200 ml, tambah 30 ml air, larutkan. Tambah 1 ml larutan kalium kromat 10% kemudian titar dengan 0,1 N AgNO₃, sampai warna berubah menjadi kuning kecoklatan.

$$\text{Normalitas} = \frac{\text{Berat NaCl (mg)}}{\text{ml titar} \times \text{berat setara NaCl}}$$

Berat setara NaCl = 58,55

- Larutan baku 0,1 N H₂SO₄
Timbang teliti 5,0 g H₂SO₄ pro analisa, masukkan ke dalam air dan volumenya dijadikan 1000 ml.
Tetapkan normalitasnya menggunakan larutan baku 0,1 N NaOH yang sebelumnya sudah dipersiapkan, sebagai berikut : Pipet 25 ml larutan 0,1 N H₂SO₄ masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 100 ml.
Tambah 2 — 3 tetes bromotimol biru, kemudian titar dengan larutan 0,1 N NaOH hingga warna berubah dari kuning menjadi biru.

$$\text{Normalitas} = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{normalitas NaOH}}{25}$$

- Etil alkohol

5.1.3 Peralatan

- Gelas piala 200 ml dan 1000 ml
- Gelas piala konis 100 ml, 500 ml dan 1000 ml
- Corong pemisah 50 ml
- Buret

5.1.4 Prosedur

- Timbang teliti dalam gelas piala 100 ml sebanyak 1,0 g contoh asam alkil benzena sulfonat.
 Tambahkan 20 — 30 ml air, lalu dipanaskan.
 Tambah 2 — 3 tetes penunjuk phenolphthalien lalu dititar dengan 0,1 N NaOH hingga warna berubah menjadi merah jambu muda. Catat banyaknya titar misalkan V_1 ml. Kemudian dikerjakan menurut cara p-toluidine sebagai berikut :
- Ambil 70 ml etil eter dan 15 ml larutan p-toluidine lalu masukkan ke dalam corong pemisah 500 ml. Tuangkan larutan 1,0 g contoh ABS dalam 20 — 30 ml air (yang telah dinetralkan di atas) ke dalam corong pemisah (pada saat ini bagian bawah lapisan cairan akan menjadi keruh). Corong ditutup, lalu keluarkan gas eter dari kran.
 Dikocok lebih kurang 30 sekon, dibiarkan lebih kurang 10 menit. Dengan cara ini bagian cairan yang keruh tadi akan masuk ke dalam lapisan eter, lalu cairan akan terpisah menjadi 2 bagian. Cairan bawah dikeluarkan, tetes-tetes air yang masih melekat di dinding corong dihilangkan dengan jalan menggoyangkan corong perlahan-lahan. Dibiarkan 10 menit lagi, lalu sisa air tadi dikeluarkan juga.
- Dalam sebuah labu Erlenmeyer 500 ml, dimasukkan 150 ml metil alkohol, tambah 10 — 15 tetes: O-kresol merah, lalu ditetesi larutan 0,1 N NaOH hingga warna menjadi merah lembayung. Kemudian masukkan cairan eter dari corong pemisah di atas, ke dalam labu Erlenmeyer yang berisi metil alkohol.
 Eter dituangkan dari mulut sebelah atas, corong pemisah dicuci dengan sedikit eter, kemudian eter pencuci ini juga disatukan ke dalam labu Erlenmeyer tadi. Larutan dalam labu Erlenmeyer ini akan berubah menjadi kuning. Kemudian titar larutan ini dengan 0,1 N NaOH hingga warna jadi merah lembayung. Jumlah titar yang dipergunakan dicatat, misalkan V_2 ml.
- Tambahkan 2 — 3 tetes 0,1 N H_2SO_4 ke dalam larutan di atas hingga warna berubah jadi kuning.
 Tambahkan 1 ml larutan kalium kromat 10 %, kemudian dititar dengan larutan 0,1 N $AgNO_3$, hingga warna berubah menjadi kuning coklat

5.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar bahan aktif} = \frac{(V_2 \text{ ml} \times N \text{ NaOH} - \text{ml} \times N \text{ AgNO}_3) \times 326}{\text{gram contoh} \times 10} \%$$

$$\text{Asam bebas} = \frac{[(V_1 \text{ ml} - V_2 \text{ ml}) N \text{ NaOH} + \text{ml} \times N \text{ AgNO}_3] \times 49}{\text{gram contoh} \times 10} \%$$

Keterangan

326 = berat molekul asam dodesil benzena sulfonat

49 = berat — setara asam H_2SO_4

5.2 Bahan Organik bukan ABS larut dalam eter minyak tanah

5.2.1 Prinsip

Contoh yang telah dilarutkan dengan campuran alkohol dan dinetralkan dengan NaOH, diekstrak dengan eter minyak tanah agar bagian yang larut dalam eter minyak tanah dapat dipisahkan.

Lapisan eter minyak tanah dipisahkan, lalu eternya diuapkan, sisa ditimbang dan dihitung sebagai bagian yang larut dalam eter minyak tanah.

5.2.2 Pereaksi

- Campuran etil alkohol — air (1 : 1)
- Penunjuk phenolphtalien
Larutkan 1 g phenolphtalien dalam etil alkohol 95% dan jadikan volumenya 100 ml
- Larutan NaOH 15%
Masukkan 15 g NaOH dalam air dan jadikan volumenya 100 ml.
- Eter minyak tanah
- Natrium sulfat anhidrida
- Larutan NaCl 10%
10 g NaCl ditambah air sampai volumenya menjadi 1000 ml.

5.2.3 Peralatan

- Gelas piala konis 300 ml
- Corong pemisah 500 ml
- Alat sochlet 300 ml
- Alat pengering
- Alat recovery
- Alat pengering (kompresor udara panas atau pengering rambut).

5.2.4 Prosedur

- Timbang teliti 10 g contoh asam alkil benzena sulfonat masukkan ke dalam gelas piala konis 200 ml. Tambah 100 ml campuran etil alkohol panaskan di atas penangas air supaya larut.
Tambah 2 — 3 tetes penunjuk phenolphtalien dan teteskan NaOH 15% hingga warna menjadi merah jambu.
Setelah dingin tambah 70 ml campuran etil alkohol.
- Sediakan 2 corong pemisah 500 ml dan beri tanda I dan II. Masukkan larutan contoh ke dalam corong I dan bilasi dengan 30 ml campuran etil alkohol yang kemudian bilasan tersebut juga dimasukkan ke dalam corong I.
Tambahkan 75 ml eter minyak tanah, keluarkan gas dalam corong pemisah lalu dikocok selama 30 sekon dan biarkan 5 menit; kemudian jika cairan telah memisah menjadi 2 bagian, keluarkan lapisan bawah dan masukkan ke dalam corong II.
- Ke dalam corong II tambahkan 75 ml eter minyak tanah dan kerjakan seperti di atas dan biarkan 5 menit bila cairan telah memisah menjadi 2 lapisan, keluarkan lapisan bawah dan masukkan ke dalam gelas piala konis. Pindahkan lapisan eter minyak tanah (lapisan atas) dari corong II ke corong I.
- Tetes-tetes air yang masih menempel di dinding dan bagian bawah dikeluarkan, kemudian tuangkan 10 — 20 ml air ke dalam corong pemisah. Setelah dibiarkan beberapa saat, lapisan air dikeluarkan. Kemudian tambahkan 100 ml air, dikocok 5 sekon dan dibiarkan selama 5 menit. Jika telah terjadi 2 lapisan, lapisan bawah dikeluarkan.
Tambahkan 100 ml larutan NaCl 10%, dikocok selama 30 sekon, kemudian dibiarkan beberapa menit sampai terjadi 2 lapisan dan lapisan bawah dikeluarkan. Corong pemisah digoyangkan perlahan-lahan, lalu dibiarkan selama lebih kurang 10 menit.
Jika pada lapisan bawah masih tertinggal sedikit air, maka air dikeluarkan dengan hati-hati sekali.
- Sebuah labu Erlenmeyer 300 ml kosong dikeringkan ditimbang kosong dan kemudian disambungkan ke alat pengering yang menggunakan pompa hisap. Pindahkan lapisan eter minyak tanah dari corong

II ke dalam labu Erlenmeyer tersebut melalui tabung yang berisi bahan pengering natrium sulfat anhidrida.

Corong pemisah dan tabung pengering dibilasi dengan 20 ml eter minyak tanah sebanyak tiga kali.

- Labu Erlenmeyer yang berisi lapisan eter minyak tanah diletakkan di atas penangas air untuk memisahkan eter minyak tanahnya.

Labu Erlenmeyer dilepas dari alat sochlet, sisa eternya dihembus dengan alat pengering rambut.

- Setelah bagian luar labu dilap dengan kain kering, masukkan labu tersebut ke dalam alat pengering $105 \pm 2^\circ\text{C}$, selama 30 menit, kemudian dinginkan dalam eksikator lebih kurang 30 menit dan ditimbang.

5.2.5 Perhitungan

$$\begin{array}{l} \text{Bahan larut dalam} \\ \text{eter minyak tanah} \end{array} = \frac{\text{Tambah berat pada labu}}{\text{berat contoh}} \times 100\%$$

6. CARA PENGEMASAN

Asam alkil benzena sulfonat dikemas dalam wadah yang tidak menimbulkan reaksi dengan isi, kedap udara, aman dalam transportasi dan penyimpanan.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada setiap kemasan harus dicantumkan nama barang/nama dagang, volume/berat bersih, tanda bahaya, kode produksi, nama dan alamat produsen.

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN

Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4

Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270

Telp: 021-574 7043; Faks: 021-5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id